



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114574099 A

(43) 申请公布日 2022.06.03

(21) 申请号 202111628892.6

(22) 申请日 2021.12.28

(71) 申请人 杭州圭臬新材料科技有限公司

地址 310000 浙江省杭州市萧山区钱塘新区5号大街19号(3幢)206室

(72) 发明人 王彤宇

(74) 专利代理机构 浙江英普律师事务所 33238

专利代理师 陈俊志

(51) Int. Cl.

C09D 183/07 (2006.01)

C09D 7/65 (2018.01)

C08J 7/04 (2020.01)

C08L 23/12 (2006.01)

C08L 69/00 (2006.01)

C08G 77/38 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法

(57) 摘要

本发明公开了一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法。将正硅酸乙酯、水、酒精、稀盐酸水解反应,水解完成后加入六甲基二硅氧烷、四甲基二硅氧烷,反应完成后静置分流出下层液体并用二甲苯稀释,脱除下层液体中残留的水和酒精,得到含氢MQ树脂的二甲苯溶液,在含氢MQ树脂的二甲苯溶液中投入1.7辛二烯,加入催化剂,脱除二甲苯和过量的1.7辛二烯,得到纯净的1.7辛二烯改性MQ树脂,将1.7辛二烯改性MQ树脂作为补强材料,与含氢硅油、乙烯基硅油、阻聚剂、催化剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶,将上述加成型液体硅橡胶涂布在PC或PP底膜上,加热固化后得到相应的加成型液体硅橡胶复合薄膜。

1. 一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其特征在于：包括下述步骤：

- (1) 含氢MQ树脂的合成；
- (2) 1.7辛二烯改性MQ树脂的合成；
- (3) 1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的合成；
- (4) 1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜的制造。

2. 如权利要求1所述的以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其特征在于：所述步骤(1)包含下述步骤：

(1.1) 在反应釜一中投入正硅酸乙酯、酒精、稀盐酸，边搅拌边均匀滴加水，水滴加完毕后，室温搅拌水解，再加入六甲基二硅氧烷、四甲基二硅氧烷，搅拌升温后保温反应，静置分层后，放出下层液体；

(1.2) 将所述下层液体放入反应釜二中，用二甲苯稀释，搅拌升温，抽真空脱除所述下层液体中残余的水和酒精，得到含氢MQ树脂的二甲苯溶液；

(1.3) 用化学法测定含氢MQ树脂的二甲苯溶液中硅氢键的百分比含量。

3. 如权利要求1所述的以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其特征在于：所述步骤(2)包含下述步骤：

(2.1) 将所述含氢MQ树脂的二甲苯溶液，1.7辛二烯投入反应釜三中，搅拌升温并加入络合铂金催化剂，保温反应至红外光谱检测反应物中不存在硅氢特征峰，升温脱除二甲苯和过量的1.7辛二烯，得到纯净的1.7辛二烯改性MQ树脂。

4. 如权利要求1所述的以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其特征在于：所述步骤(3)包含下述步骤：

(3.1) 将含氢硅油、乙烯基硅油、阻聚剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A组分；

(3.2) 将乙烯基硅油、1.7辛二烯改性的MQ树脂、络合铂金催化剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的B组分。

5. 如权利要求1所述的以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其特征在于：所述步骤(4)包含下述步骤：

(4.1) 将所述1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A组分、所述1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的B组分混合均匀，涂布在PC或PP底膜上，加热固化后得到相应的硅橡胶复合薄膜。

6. 如权利要求2所述的以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其特征在于：步骤(1.1)所述水解时间为4-8小时，所述搅拌保温时间为6-10小时。

以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及电子电器、生物医疗用加成型液体硅橡胶及其复合薄膜的制造方法，具体涉及一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法。

背景技术

[0002] 加成型液体硅橡胶薄膜要在电子电器、生物医疗等领域使用，难免会需要和其它材料复合，但由于加成型液体硅橡胶的低表面张力以及加成型液体硅橡胶表面容易渗出小分子硅油等原因，加成型液体硅橡胶很难与一些常用材料如PC等直接复合或者通过胶粘剂粘接。因此一种易于和其它材料牢固粘结的加成型液体硅橡胶对扩大加成型液体硅橡胶的应用领域，衍生出更多加成型液体硅橡胶复合材料具有重要意义。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题在于，针对现有加成型液体硅橡胶及其薄膜很难与一些常用材料如PC等直接复合或者通过胶粘剂粘接的问题，提供一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法。

[0004] 本发明通过以下技术方案来实现上述目的：一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法，其中：包括下述步骤：

[0005] (1) 含氢MQ树脂的合成；

[0006] (2) 1.7辛二烯改性MQ树脂的合成；

[0007] (3) 1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的合成；

[0008] (4) 1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜的制造。

[0009] 作为本发明的进一步优化方案，所述步骤(1)包含下述步骤：

[0010] (1.1) 在反应釜一中投入定量正硅酸乙酯、酒精、稀盐酸，边搅拌边均匀滴加水，控制反应物不沸腾，水滴加完毕后，室温搅拌水解，再加入六甲基二硅氧烷、四甲基二硅氧烷，搅拌升温后保温反应，静置分层后，放出下层液体；

[0011] (1.2) 将所述下层液体放入反应釜二中，用二甲苯稀释，搅拌升温，抽真空脱除所述下层液体中残余的水和酒精，得到含氢MQ树脂的二甲苯溶液；

[0012] (1.3) 用化学法测定含氢MQ树脂的二甲苯溶液中硅氢键的百分比含量。

[0013] 作为本发明的进一步优化方案，所述步骤(2)包含下述步骤：

[0014] (2.1) 将所述含氢MQ树脂的二甲苯溶液，1.7辛二烯投入反应釜三中，搅拌升温并加入络合铂金催化剂，保温反应至红外光谱检测反应物中不存在硅氢特征峰，升温脱除二甲苯和过量的1.7辛二烯，得到纯净的1.7辛二烯改性MQ树脂。

[0015] 作为本发明的进一步优化方案，所述步骤(3)包含下述步骤：

[0016] (3.1) 将含氢硅油、乙烯基硅油、阻聚剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材

料的加成型液体硅橡胶的A组分；

[0017] (3.2) 将乙烯基硅油、1.7辛二烯改性的MQ树脂、络合铂金催化剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的B组分。

[0018] 作为本发明的进一步优化方案,所述步骤(4)包含下述步骤:

[0019] (4.1) 将所述1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A组分、所述1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的B组分混合均匀,涂布在PC或PP底膜上,加热固化后得到相应的硅橡胶复合薄膜。

[0020] 作为本发明的进一步优化方案,步骤(1.1)所述水解时间为4~8 小时,所述搅拌保温时间为6~10小时。

[0021] 有益效果:

[0022] 通过在加成型液体硅橡胶的补强材料中引入1.7辛二烯,改善了制得的加成型液体硅橡胶与一些常用材料的粘结性能,方便其与其它材料的复合。

[0023] 将未经1.7辛二烯改性的MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶,涂布在PP或PC底材上,加热固化后可轻松从上述底材上完整的成片剥离出单独的硅橡胶薄膜,而经过1.7辛二烯改性的MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶,涂布在PP或PC底材上,加热固化后,即使硅橡胶层被撕裂,也不能将硅橡胶层从上述底膜上剥离,而是与上述底膜成为一个复合整体,从而利用上述底膜的刚性、易粘结性获得更多的应用场景。

具体实施方式

[0024] 下面本申请作进一步详细描述,有必要在此指出的是,以下具体实施方式只用于对本申请进行进一步的说明,不能理解为对本申请保护范围的限制,该领域的技术人员可以根据上述申请内容对本申请作出一些非本质的改进和调整。

[0025] 实施例1

[0026] 一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法,包括下述步骤:

[0027] 第一步:含氢MQ树脂的合成

[0028] 在玻璃反应釜中投入250kg正硅酸乙酯、100kg酒精、15kg稀盐酸,一小时内边搅拌边滴加150kg水,同时,应当在滴加时控制反应物不沸腾。水滴加完毕后室温搅拌水解4小时,再加入100kg六甲基二硅氧烷、10kg四甲基二硅氧烷,升温到60℃后,搅拌保温反应6 小时。静置分层后,放出下层液体。

[0029] 将另一玻璃反应釜升温到70℃,将所得的下层液体放入其中,用与所述下层液体相同质量的二甲苯稀释后,抽真空脱除下层液体中残余的水和酒精,得到含氢MQ树脂的二甲苯溶液,并测定溶液中硅氢键的百分含量。

[0030] 第二步:1.7辛二烯改性的MQ树脂的合成

[0031] 将50kg含氢MQ树脂的二甲苯溶液,反应物总量10ppm的铂金络合催化剂,在反应釜中搅拌升温到40℃,缓慢滴加入5kg1.7辛二烯,控制反应物温度不超过60℃。滴加完毕后,60℃保温反应至红外光谱检测反应物中不存在硅氢特征峰后,升温到140℃,脱除过量二甲苯和过量1.7辛二烯,得到纯净的1.7辛二烯改性MQ树脂。

[0032] 第三步:以1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的制得。

[0033] 将1kg含氢硅油、10kg乙烯基硅油、0.01kg阻聚剂混合制得1.7 辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A组分。

[0034] 将5kg乙烯基硅油、6kg1.7辛二烯改性MQ树脂、0.01kg铂金络合催化剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的B组分。

[0035] 第四步:1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶与PP复合薄膜的制造。

[0036] 将1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A、B组分按质量比1:1混合均匀,使用自动涂布机将上述硅橡胶涂布在 PP材质的底膜之上,加热固化后得到1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶与PP的复合薄膜。

[0037] 实施例2

[0038] 如实施例1所示的一种以辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶复合薄膜及其制造方法,其区别特征在于,包括下述步骤:

[0039] 第一步:含氢MQ树脂的合成

[0040] 在反应釜中投入250kg正硅酸乙酯、100kg酒精、10kg稀盐酸,边搅拌边滴加100kg水,滴加时控制反应物不沸腾。水滴加完毕后室温搅拌8小时,再加入100kg六甲基二硅氧烷、15kg四甲基二硅氧烷,升温到50℃后,搅拌保温反应10小时。静置分层后,放出下层液体。

[0041] 将所得的下层液体放入另一反应釜中,用与所述下层液体相同质量的二甲苯稀释后,升温到70℃,抽真空脱除下层液体中残余的水和酒精,得到含氢MQ树脂的二甲苯溶液,并测定溶液中硅氢键的百分含量。

[0042] 第二步:1.7辛二烯改性的MQ树脂的合成

[0043] 将50kg含氢MQ树脂的二甲苯溶液,反应物总量10ppm的铂金络合催化剂,在反应釜中搅拌升温到40℃,缓慢滴加入8kg1.7辛二烯,控制反应物温度不超过60℃。滴加完毕后60℃保温反应至红外光谱检测反应物中不存在硅氢特征峰后,升温到140℃,脱除二甲苯和过量1.7辛二烯,得到纯净的1.7辛二烯改性MQ树脂。

[0044] 第三步:以1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的制得。

[0045] 将2kg含氢硅油、12kg乙烯基硅油、0.01kg阻聚剂混合制得1.7 辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A组分。

[0046] 将6kg乙烯基硅油、8kg1.7辛二烯改性MQ树脂、0.01kg铂金络合催化剂混合制得1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的B组分。

[0047] 第四步:1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶与PC复合薄膜的制作。

[0048] 将1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶的A、B组分按质量比1:1混合均匀,使用自动涂布机将上述硅橡胶涂布在 PC材质的底膜之上,加热固化后得到1.7辛二烯改性MQ树脂为补强材料的加成型液体硅橡胶与PC复合的薄膜。

[0049] 上面所述的实施例仅仅是对本发明的优选实施方式进行了描述,并非对本发明的构思和范围进行限定。在不脱离本发明设计构思的前提下,本领域普通人员对本发明的技术方案做出的各种变型和改进,均应落入到本发明的保护范围,本发明请求保护的技术内容,已经全部记载在权利要求书中。